



① 日本国特許庁  
公開特許公報

(2000) 特 許 願  
特 許 庁 長 官 殿 昭 和 49 年 3 月 28 日

- 発 明 の 名 称  
微細金属炭化物粉末の製造法
- 発 明 者  
住所 埼玉県大宮市大和田 2 丁目 1596 番地  
氏名 秋 元 勇 巳 (ほか 1 名)
- 特許出願人  
住所 東京都千代田区大手町 1 丁目 5 番 2 号  
名称(氏名) (株) 三菱金属株式会社  
代表者 代表者 稲 井 好 廣  
49 出願  
4. 代理人  
居 所 東京都港区芝罘平町 40 番地  
第 19 森(永田)ビル 3 階  
〒105 電話 東京 504-3855~9  
氏 名 弁護士 富 田 和 夫 (7687)

明 細 書

1. 発 明 の 名 称

微細金属炭化物粉末の製造法

2. 特 許 請 求 の 範 囲

カーボンをコロイド状に分散させた金属塩含有の噴霧水溶液とガス状加熱有機体とを熱交換接触させて前記金属塩と前記カーボンとからなる均質微細混合粉末を所出させ、ついで前記微細混合粉末を真空中または還元雰囲気中で低温加熱して微細金属炭化物粉末を生成させることを特徴とする微細金属炭化物粉末の製造法。

3. 発 明 の 詳 細 な 説 明

この発明は微細な金属炭化物粉末の製造法に関するものである。

従来、W, Ti, Cr, Mo, Ta などの金属の炭化物粉末を用いて粉末冶金法により切削工具などを製

①特開昭 50-127900

④公開日 昭 50.(1975) 10.8

②特願昭 49-33995

②出願日 昭 49.(1974) 3.28

審査請求 未請求 (全 4 頁)

庁内整理番号

2/2/41

⑤日本分類

15 N2

⑤ Int.Cl<sup>2</sup>

C01B 21/20

C01B 21/24

造した場合、前記切削工具は高い強度と硬度をもつようになることから、前記金属炭化物粉末はこれらの原料として多量に使用されている。これらの切削工具は、金属炭化物の原料粉末を成型し、焼結することによつて作られるが、この原料粉末としては活性が高く、焼結性の良い微細粉末を用いるのが望ましい。しかし粒度が 1 μ 以下の微細な金属炭化物粉末を製造することは必ずしも容易でない。例えば W の粉末は、W 粉末とカーボンブラックまたは黒鉛とを混合し、1400~1500℃の温度で、2~3 時間加熱することによつて製造されるが、このようにして製造された W の粉末は、その粒子の大きさがボールミルで粉砕された後であつても 1~3 μ 程度あり、しかも前記混合の際の不均一性が原因で均質な W の粉末は得にくいのである。また同様に、TiC, TaC, および Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> などの金属炭化物粉末の製造も、金属炭化物原料である TiC<sub>2</sub>, Ta<sub>2</sub>C<sub>2</sub>, および Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の粉末をカーボンと混合し、真空中にて 2100~2300℃の高温において炭化反応を行なわせることによつて



リブデン酸アンモニウムなどを原料金属塩としてそれぞれ有効に使用することができる。

以上例示した金属塩は水に可溶であり、その所定量を水に溶かしておき、これにコロイド状になるカーボンを所定量加えることによつて上述した原料水溶液が調製される。前記コロイド状カーボンは、その粒度が $20 \sim 50 \text{ \AA}$ という非常に微細なものである。前記水溶液中での分散は完全なものとなる。したがつて、このように調製した原料水溶液から析出したカーボンと金属塩とからなる固体混合粉末は、その粒度が数 $100 \text{ \AA}$ 単位のものが均一に混合した状態のものとなつてゐる。

この発明の第2段階は、以上のようにして生成させた前記固体混合粉末を炭化反応させることにある。この炭化反応は真空中または水素雰囲気中で行なわれる。前記第1段階で得られた前記固体混合粉末は、上述のように金属塩とカーボンとが微細な状態で混合されているため、前記炭化反応速度は速く、しかも低温で完結することができる。例えば、WCの生成においては、 $700^\circ\text{C}$ より炭

速心分離器にかけて回収し、ついで前記回収混合粉末をヘキサンにより洗浄した後、 $200^\circ\text{C}$ で真空乾燥を行なつた。この結果得られた混合粉末は、その粒度が $0.01 \sim 0.03 \mu$ の大きさをもつてゐた。

つぎに前記混合粉末を $10^{-6} \text{ mmHg}$ の真空中にて $900^\circ\text{C}$ で、2時間加熱を行つて炭化処理した。

前記炭化反応によつて生成した粉末はWC粉末であり、その粉末の大きさは $0.1 \sim 0.3 \mu$ を示した。

#### 実施例 2

水溶液1ℓにつき7.69gの酢酸クロムを含有する水溶液(Cr含有量 $500 \text{ g/ℓ}$ )に、カーボンをコロイド状に分散させ、実施例1におけると同様に反応器内に噴霧し、固体混合粉末を析出させた。この場合ガス状加熱有機体としては灯油を使用し、反応温度は $230^\circ\text{C}$ に維持した。ついでこの結果得られた固体混合粉末を実施例1におけると同様に処理した後、 $1400^\circ\text{C}$ 、 $10^{-6} \text{ mmHg}$ の真空中で2時間加熱して炭化反応を行なわせた。

化反応の開始が認められ、TiCの生成では $1000^\circ\text{C}$ で炭化が進行することから、このような低温炭化では粉末粒子間に融着や焼結は起らず、したがつて生成した炭化物粉末は粉砕することなしに粒度 $1 \mu$ 以下を保つことができるのである。

つぎにこの発明を実施例により説明する。

#### 実施例 1

Wを1ℓにつき40.0g含むタングステン酸アンモニウム水溶液に、前記水溶液1ℓにつき2.018のカーボン微粉末を添加してコロイド状に分散させ、原料水溶液を調製した。一方軽油を加熱器により $320^\circ\text{C}$ に加熱しガス化して反応器内に導入した。前記反応器が前記ガス状軽油により加熱された後、前記原料水溶液を、前記ガス状軽油を噴出させながら前記反応器内に噴霧導入して前記軽油と接触させ、熱交換によつて微細な固体混合粉末を析出させた。反応温度は定常状態で $250^\circ\text{C}$ に維持した。生成した前記固体混合粉末は、一部液化した軽油中に分散して前記反応器の底部に溜るので、これを反応器下部取出口から取り出して

この結果生成した粉末はCr、C粉末であり、その粒度は $0.3 \sim 0.8 \mu$ であつた。

#### 実施例 3

Ti含有量 $20.0 \text{ g/ℓ}$ のチタニウムグリセロール溶液にカーボンを前記溶液1ℓにつき5.01g加えてコロイド状に分散させ、実施例1におけると同様な反応を行なわせた。この結果得られた析出混合粉末を実施例1におけると同様に処理した後、 $1300^\circ\text{C}$ 、水素雰囲気中で2時間加熱して炭化反応を行なわせた。生成した粒子はTiCであり、その粒度は $0.3 \sim 0.5 \mu$ を示した。

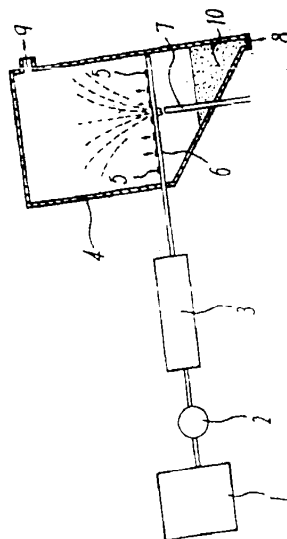
上述のように、この発明によれば、極めて簡単な操作で、経済的安価に微細な金属炭化物粉末が製造できるなど工業上有用な効果もたらされるのである。

#### 4 図面の簡単な説明

添付図面は金属塩とカーボンとからなる微細析出混合粉末を形成するための実施例を示す概略説明図である。

図面において、  
 1…液状有機体タンク、 2…ポンプ、 3…  
 加熱器、 4…反応器、 5…ガス状有機体噴出  
 用小孔ノズル、 6…ガス状有機体導入用パイプ、  
 7…原料水溶液噴霧用パイプ、 8…反応器底部  
 取出口、 9…反応器上部取出口、 10…折出  
 混合粉末が分散している液状有機体。

出願人 三菱金属株式会社  
 代理人 富田 和 夫



5. 添附書類の目録

明 細 書 1 通  
 図 面 1 通  
 委 任 状 1 通  
 願 書 関 本 1 通

~~特許審査請求書 1 通~~

1頁附録  
 3. 字面図

6. 前記以外の発明者、出願人

発 明 者

住 所

氏 名

埼玉県浦和市大宮土地区面整理地内 2街区3号  
 吉 住 素 彦